

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-300919

(P2000-300919A)

(43) 公開日 平成12年10月31日 (2000. 10. 31)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

B 0 1 D 39/14

識別記号

F I

B 0 1 D 39/14

テーマコード (参考)

A 4 D 0 1 9

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平11-114265

(22) 出願日 平成11年4月21日 (1999. 4. 21)

(71) 出願人 000232760

日本無機株式会社

東京都中央区日本橋本町二丁目6番3号

(72) 発明者 林 嗣郎

茨城県結城市作の谷415番地 日本無機株式会社結城工場内

(72) 発明者 渡辺 誠浩

茨城県結城市作の谷415番地 日本無機株式会社結城工場内

(74) 代理人 100087745

弁理士 清水 善▲廣▼ (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エアフィルタ

(57) 【要約】

【課題】 HEPA、ULPA、超ULPA等の高性能エアフィルタとして用いても、ボロンガス状物質の発生と、純水中へのボロン溶出量が少なく、従来のガラス繊維濾材と同等の耐久性を有し、しかも、実用的価格で製造可能なガラス繊維濾材を用いたエアフィルタを提供することを目的とする。

【解決手段】 本発明のエアフィルタは、 $\text{SiO}_2$  70～75重量%、 $(\text{R}1)_2\text{O}$  ( $\text{R}1=\text{Na}, \text{K}$ ) 15～20重量%、 $(\text{R}2)_2\text{O}_3$  ( $\text{R}2=\text{Al}, \text{Fe}$ ) 2～5重量%、 $(\text{R}3)_2\text{O}$  ( $\text{R}3=\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Ba}$ ) 8～9重量%、 $\text{ZnO}$  0～1重量%の組成であり、且つ、 $\text{B}_2\text{O}_3$  0.01重量%以下であるガラス繊維と有機繊維から構成され、燃焼成分量が10～20重量%であるガラス繊維濾材を用いたことを特徴とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】  $\text{SiO}_2$  70～75重量%、(R1) $\text{O}$  (R1=Na, K) 15～20重量%、(R2) $\text{O}_3$  (R2=Al, Fe) 2～5重量%、(R3) $\text{O}$  (R3=Ca, Mg, Ba) 8～9重量%、 $\text{ZnO}$  0～1重量%の組成であり、且つ、 $\text{B}_2\text{O}_3$  0.01重量%以下であるガラス繊維と有機繊維から構成され、燃焼成分量が10～20重量%であるガラス繊維濾材を用いたことを特徴とするエアフィルタ。

【請求項2】 前記ガラス繊維濾材中に、有機繊維が10重量%以上含まれていることを特徴とする請求項1記載のエアフィルタ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ボロンガス状物質の発生と純水中へのボロン溶出量が少ないガラス繊維濾材を用いたエアフィルタに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、この種のエアフィルタに用いられるガラス繊維濾材としては、ボロンシリケートガラス繊維や耐酸性特殊グレードの高シリカ分ガラス繊維が知られている。ここで高シリカ分とは一般に石英ガラス繊維と総称されるもので、熔融石英ガラス繊維や高珪酸ガラス繊維、或いは、ゾルゲル法ガラス繊維等が知られ、 $\text{SiO}_2$  が99.8～99.99重量%のものである。また、極細ガラス繊維はCガラスだけでなくEガラスでも製造されている。前記Cガラスの極細ガラス繊維はHEPA、ULPA、超ULPA等の高性能フィルタ用濾紙、電池用セパレータ、断熱材等、各種分野で使用されている。また、Eガラスの極細ガラス繊維は電気絶縁用としてエンブラ用充填材、特殊紙等に使用されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】ところが、例えば、前記Cガラスや、ホウケイ酸ガラスからなるガラス繊維濾材で構成されたHEPAフィルタを半導体クリーンルームで使用した場合、酸性ガス、或いは、空気中の水分により化学反応を起こし、ガラス中の $\text{B}_2\text{O}_3$ がガス状物質としてクリーンルーム内に飛散し、シリコンウエハの表面に付着し、特性劣化を引き起こすことが問題視されている。

【0004】このため、ボロンガス状物質を発生しないHEPAフィルタとして、例えば、特開平5-202217号公報、特開平7-292144号公報、特表平9-504737号公報等に掲示されるようなPTFE膜濾材からなるエアフィルタ、特開平6-55019号公報、特開平6-285318号公報等に掲示されるような高珪酸ガラス繊維の濾紙からなるエアフィルタ、或いは、特開平7-194911号公報、特開平5-285324号公報等に掲示されるようなガラス繊維の表面を被覆した濾材からなるエアフィルタが提案されている。

【0005】しかしながら、前記PTFE膜濾材からなるエアフィルタは低圧力損失で優れた特性を備えるものの、膜が非常に薄いため均一性能のものが得にくい問題や製品コストが高いといった問題がある。また、高珪酸ガラス繊維の濾材からなるエアフィルタは、材料が高価で実用性に乏しいといった問題がある。また、ガラス繊維の表面を薬剤で被覆した濾紙からなるエアフィルタは、ガラス繊維1本、1本を均一に被覆することが困難なため、被覆されない部分からボロンガス状物質が発生する危険が高いといった問題がある。そこで、本発明は、HEPA、ULPA、超ULPA等の高性能エアフィルタ用として用いても、ボロンガス状物質の発生と、純水中へのボロン溶出量が少なく、従来のガラス繊維濾材と同等の耐久性を有し、しかも、実用的価格で製造可能なガラス繊維濾材を用いたエアフィルタを提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明のエアフィルタは、前記目的を達成すべく、請求項1記載の通り、 $\text{SiO}_2$  70～75重量%、(R1) $\text{O}$  (R1=Na, K) 15～20重量%、(R2) $\text{O}_3$  (R2=Al, Fe) 2～5重量%、(R3) $\text{O}$  (R3=Ca, Mg, Ba) 8～9重量%、 $\text{ZnO}$  0～1重量%の組成であり、且つ、 $\text{B}_2\text{O}_3$  0.01重量%以下であるガラス繊維と有機繊維から構成され、燃焼成分量が10～20重量%であるガラス繊維濾材を用いたことを特徴とする。また、請求項2記載のエアフィルタは、請求項1記載のエアフィルタにおいて、前記ガラス繊維濾材中に有機繊維が10重量%以上含まれていることを特徴とする。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明のエアフィルタは、ガラス繊維濾材を、従来のガラス繊維濾材のガラス成分組成に代えて、 $\text{SiO}_2$  70～75重量%、(R1) $\text{O}$  (R1=Na, K) 15～20重量%、(R2) $\text{O}_3$  (R2=Al, Fe) 2～5重量%、(R3) $\text{O}$  (R3=Ca, Mg, Ba) 8～9重量%、 $\text{ZnO}$  0～1重量%の組成とし、且つ、 $\text{B}_2\text{O}_3$  0.01重量%以下とすることにより、ボロンガス状物質発生を抑え、純水中へのボロン溶出量を極少にするものである。

【0008】従来のガラス繊維濾材では、耐水性（耐湿性、耐風化性）を向上させるため、 $\text{B}_2\text{O}_3$ を10重量%程度配合している。しかし、このボロンが空気中の水分、フッ酸等にさらされたとき、 $\text{H}_2\text{BO}_3$ 、 $\text{BF}_3$ のガス状物質となって放出されてしまい、半導体等に悪影響を与えてしまう。そこで、この発生源となる $\text{B}_2\text{O}_3$ 含有量を0.01重量%以下とすることでボロンガス状物質の発生を抑え、純水中へのボロン溶出量が極少となるようにしている。ここで、ガラス成分中の $\text{B}_2\text{O}_3$ 含有量が0.01重量%以下と少ない場合、ガラスの耐水性が

低下して、著しいガラス強度の低下が考えられる。そこで、本発明では、ガラス繊維濾材中の有機繊維、有機バインダ、撥水剤等の燃焼成分量を10～20重量%とすることで濾材強度の低下を抑えている。特に、有機繊維の配合量を10重量%以上とした場合は、従来のガラス繊維濾材と同等の耐水性を有するものなる。

【0009】また、 $\text{SiO}_2$  70～75重量%、 $(\text{R}1)_2\text{O}$  ( $\text{R}1=\text{Na}, \text{K}$ ) 15～20重量%、 $(\text{R}2)_2\text{O}_3$  ( $\text{R}2=\text{Al}, \text{Fe}$ ) 2～5重量%、 $(\text{R}3)\text{O}$  ( $\text{R}3=\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Ba}$ ) 8～9重量%、 $\text{ZnO}$  0～1重量%の組成とし、且つ、 $\text{B}_2\text{O}_3$  0.01重量%以下とすることで実用的価格で製造できるものである。

【0010】従来、 $\text{SiO}_2$ を70～75重量%と多く配合した含アルカリガラス繊維は、電池用セパレータ用、或いは、住宅用断熱材、自動車・建築用ガラス等のカレットガラスで知られているが、 $(\text{R}1)_2\text{O}$  ( $\text{R}1=\text{Na}, \text{K}$ ) 12～14重量%、 $(\text{R}2)_2\text{O}_3$  ( $\text{R}2=\text{Al}, \text{Fe}$ ) 1～2重量%、 $(\text{R}3)\text{O}$  ( $\text{R}3=\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Ba}$ ) 10～14重量%、 $\text{ZnO}$  0重量%が一般的である。理由としては、 $(\text{R}1)_2\text{O}$ は多ければ風化現象が顕著となること、 $(\text{R}2)_2\text{O}_3$ 及び $\text{ZnO}$ はガラス熔融温度が高くなり扱いづらいためである。

【0011】これに対して本発明では、 $(\text{R}1)_2\text{O}$  ( $\text{R}1=\text{Na}, \text{K}$ ) 15～20重量%、 $(\text{R}2)_2\text{O}_3$  ( $\text{R}2=\text{Al}, \text{Fe}$ ) 2～5重量%、 $(\text{R}3)\text{O}$  ( $\text{R}3=\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Ba}$ ) 8～9重量%、 $\text{ZnO}$  0～1重量%として、極細繊維となればなるほど繊維の比表面積が増大するため、 $(\text{R}1)_2\text{O}$ を多くする分、それに合わせて $(\text{R}2)_2\text{O}_3$ 及び $\text{ZnO}$ を多くして耐風化対策をしている。 $(\text{R}1)_2\text{O}$ を多くする理由としては、濾材を酸性抄造する場合に、酸により $\text{SiO}_2$ がニカワ状になる接着効果に加えて、 $(\text{R}1)_2\text{O}$ が溶出して前記接着効果との相乗効果を生じさせ、濾材の強度を向上させるためである。

【0012】前記有機繊維としては、その基本構造の中にボロン(硼素)が含まれないものが使用され、本発明の目的を達成できるものであるならば、天然繊維または合成繊維の何れであってもよく、素材は限定されない。例えば、木綿、絹、麻等の天然繊維や、レーヨン繊維、ポリノジック繊維等の再生繊維、アラミド繊維、ポリエステル繊維、ポリプロピレン繊維、ビニロン繊維、ポリ塩化ビニル繊維等の有機合成繊維等が挙げられる。前記有機繊維は濾材に対して1重量%以上配合することが好ましく、1重量%未満では耐水性は不十分である。特に、10重量%以上含ませた場合には、極めて耐水性に優れたものとなる。

【0013】前記繊維同士を結着する有機バインダとしてはアクリル系樹脂バインダ、撥水剤としてはフッ素樹脂、シリコーン樹脂がある。

【0014】また、前記有機繊維、有機バインダ、撥水剤等からなる燃焼成分量が20重量%を超えると耐水性は向上するが、耐燃焼性が不十分となり、また、濾材基本性能も不十分となる。また、燃焼成分量が10重量%未満では、耐燃焼性は優れるが、濾材強度が低くなり、濾材性能の低下、ブリーツ加工部の損傷等が生じて濾材強度が不十分となり崩壊等を生じる危険がある。そこで、本発明では、燃焼成分を10～20重量%の範囲とした。

【0015】また、前記ガラス繊維の $\text{SiO}_2$ を70重量%未満とすると、 $\text{SiO}_2$ の4面体の3次元網目構造の隙間に副成分の金属原子が入り込むことから、水分、炭酸ガス等の影響を受けて風化し易くなる。また、前記 $\text{SiO}_2$ が75重量%を超えると、紡糸温度(繊維紡糸時の粘度が $10^3\text{P}$ となる温度)が高くなり繊維化が難しくなり、コストアップとなる。また、前記 $(\text{R}1)_2\text{O}$  ( $\text{R}1=\text{Na}, \text{K}$ )を15重量%未満とすると、 $\text{SiO}_2$ と混合加熱され、ガラスの融点を下げて溶け易くする作用が低くなることから、熔融コストアップとなる。また、 $(\text{R}1)_2\text{O}$  ( $\text{R}1=\text{Na}, \text{K}$ )が20重量%を超えると、 $\text{Na}_2\text{O}$ と $\text{K}_2\text{O}$ の $\text{Na}^+$ イオンと $\text{K}^+$ イオンは酸素との結合力が弱いため、製造されたガラス繊維が水と接触すると簡単に溶け出す水溶現象が生じて風化作用の影響を受けやすくなる。また、前記 $(\text{R}2)_2\text{O}_3$  ( $\text{R}2=\text{Al}, \text{Fe}$ )を2重量%未満とすると、アルカリ溶出量が大きくなり風化作用に対する効果がみられない。また、 $(\text{R}2)_2\text{O}_3$  ( $\text{R}2=\text{Al}, \text{Fe}$ )が5重量%を超えると、失透温度が高くなり、紡糸性が悪くなり、コストアップとなる。また、前記 $(\text{R}3)\text{O}$  ( $\text{R}3=\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Ba}$ )を8重量%未満とすると、 $\text{SiO}_2$ と混合加熱され、ガラスの融点を下げて溶け易くする作用が低くなり、熔融コストアップとなる。しかも風化作用紡糸の補助効果が低下する。また、 $(\text{R}3)\text{O}$  ( $\text{R}3=\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Ba}$ )が9重量%を超えると、失透温度が高くなり、紡糸性が悪くなり、コストアップとなる。また、前記 $\text{ZnO}$ を配合することで溶出量を小さくでき、かつ $(\text{R}2)_2\text{O}_3$  ( $\text{R}2=\text{Al}, \text{Fe}$ )の量を少なくすることによってガラスの熔融温度を低くして紡糸性を良好とできる。

【0016】

【実施例】次に、本発明のガラス繊維濾材を用いたエアフィルタの実施例を比較例と共に説明する。尚、実施例のガラス繊維濾材を用いたエアフィルタ、比較例のガラス繊維濾材を用いたエアフィルタ及び従来例のガラス繊維濾材を用いたエアフィルタの濾材中のガラス組成と燃焼成分量を表1に示す。

【0017】(実施例)平均繊維径 $0.5\mu\text{m}$ の極細ガラス繊維85重量%と、ポリエステル合成繊維10重量%と、アクリル系バインダ及びフッ素樹脂5重量%からなる濾材を、酸性抄造により作成し、厚さ $0.41\text{m}$

m、目付82g/m<sup>2</sup>の表1に示す燃焼成分量の濾材を作成した。

【0018】（比較例）平均繊維径0.5μmの極細ガラス繊維95重量%と、アクリル系バインダ及びフッ素樹脂5重量%からなる濾材を、酸性抄造により作成し、厚さ0.41mm、目付81g/m<sup>2</sup>の表1に示す燃焼成分量の濾材を作成した。

【0019】（従来例）平均繊維径0.5μmの極細硼\*

項目	ガラス組成(重量%)											燃焼成分 (%)
	SiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	BaO	ZnO	その他	
実施例	70	<0.01	3.5	-	10	6	6	3	-	1	0.5	15
比較例	70	<0.01	3.5	-	10	6	6	3	-	1	0.5	5
従来例	59	10	7	0.1	8	3	5	0.3	4	3	0.6	5

【0021】前記実施例のエアフィルタのガラス繊維濾材と比較例のエアフィルタのガラス繊維濾材と従来例のエアフィルタの各ガラス繊維濾材について、純水中へのボロン溶出試験を行った。即ち、まず、各試料200×200mmを採取した。次に、酸、純水、超純水で洗浄したポリ容器に超純水80mlを入れた。そこへ、前記各試料を浸漬させ、密閉した後、室温（20～25℃）で72時間放置した。その後、溶出液を滅菌フィルタにより吸引濾過した後、ICP-MSでボロン溶出量を定量分析した。前記結果を表2に示した。本発明の実施例、比較例は従来例の1/100でボロン溶出量が極めて僅かであることがわかる。

【0022】

【表2】

	ボロン溶出量 (ng/ml)	比
実施例	2	1/100
比較例	2	1/100
従来例	200	1

【0023】次に、前記エアフィルタに用いられる各濾材の湿度に対する劣性を確認するべく、強制劣化試験を行った。各濾材を50℃、95%RHの環境に放置し、経時ごとの濾材引張強度（MD方向）を測定した（測定前に20℃、65%で24時間恒量）。そして、強度変化の傾向（初期との比）を従来例の濾材と比較して実使用に耐え得るものかを確認した。前記結果を図1に示す。図1に示す通り、実施例と従来例の変化傾向はほぼ同等であることが確認できた。また、比較例は強度変化の傾向が他の2つに比べ大きく、湿度に対して弱いといえることが確認された。

【0024】次に、各濾材を用いてフィルタを製作し、清浄空気通風時のボロン発生量を調べた。即ち、フィルタ上流側にボロン除去フィルタを設置し、清浄な空気を面風速0.5m/sで通風させ、試験フィルタの上下流側の給気をインピンジャにサンプリングした。サンプリングは2l/minで24時間行い、ボロン発生量をICP-MSで定量分析した。前記結果を表3に示した。※

\* 珪酸ガラス繊維90部と平均繊維径6μm、6mm長の硼珪酸チョップドガラス繊維10部からなるガラス繊維95重量%と、アクリル系バインダ及びフッ素樹脂5重量%からなる濾材を、酸性抄造により作成し、厚さ0.38mm、目付71g/m<sup>2</sup>の表1に示す燃焼成分量の濾材を作成した。

【0020】

【表1】

※本発明の実施例、比較例は、従来例の1/100でボロン発生量がわずかであることがわかる。

【0025】

【表3】

	ボロン発生 量(ng/m <sup>3</sup> )	比
実施例	<10	1/100
比較例	<10	1/100
従来例	10～100	1

【0026】次に、前記濾材を用いて作成された各フィルタのフィルタ性能を表4に示した。実施例、比較例は従来例とほぼ同等のフィルタ性能を有することがわかる。

【0027】

【表4】

項目	単位	実施例	比較例	従来例
圧力損失 at 5.3cm/s	mmAq	51	51	50
捕集効率 at 5.3cm/s 0.1~0.2μm	%	99.997	99.997	99.9991
厚さ	mm	0.41	0.41	0.38
目付重量	g/m <sup>2</sup>	82	81	71
引張強度MD gf/25mm幅		3.4	3.0	4.5
引張強度MD gf/25mm幅		2.0	1.5	2.5

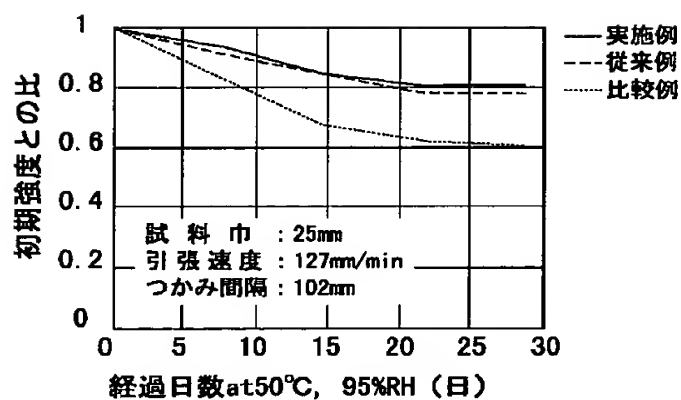
【0028】

【発明の効果】本発明の低ボロンガラス繊維濾材を用いたエアフィルタは、半導体クリーンルーム用エアフィルタとして使用できるもので、半導体クリーンルームで問題視されているボロンガス状物質の汚染源をガラス中に含まない。また、水分による濾材強度低下の傾向が従来のガラス繊維濾材と同等である。更にまた、ホウケイ酸ガラスと同等の融点であるため、紡糸温度を低く抑えられ繊維化が容易で且つガラス溶融炉の炉寿命を縮めることがなく、石英ガラス、Eガラス、耐アルカリガラス等を用いたものやPTFE膜を用いたものよりも安価に製造できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例、従来例及び比較例の強度変化を比較するための説明図

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 山口 健  
 茨城県結城市作の谷415番地 日本無機株  
 式会社結城工場内

Fターム(参考) 4D019 AA01 BA04 BA05 BA13 BA17  
 BB05 BC20 BD01